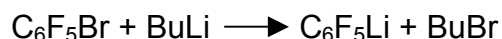


Tris(pentafluorphenyl)boran



Ansatz:

$\text{C}_6\text{F}_5\text{Br}$	30,0 mmol = 7,41 g
BuLi	30,0 mmol = 12,0 ml
BCl_3	10,0 mmol = 10,0 ml

Durchführung:

Das $\text{C}_6\text{F}_5\text{Br}$ wird in einem Sublimationsgefäß in 80 ml Hexan vorgelegt. Unter Trockeneis/Aceton-Kühlung, N_2 -Schutzgasatmosphäre und kräftigem Rühren gibt man langsam BuLi zu. Aus der klaren Lösung entsteht eine gelbe Suspension. Man rührt noch eine Stunde und gibt dann mit einem Mal unter weiterer Kühlung BCl_3 zu. Die Suspension färbt sich orange und erstarrt nach wenigen Sekunden zu einem dicken Brei. Man lässt nun auf Raumtemperatur erwärmen, wobei wieder eine dünnflüssigere Suspension entsteht und zieht dann das Lösungsmittel im Hochvakuum ab. Man erhält ein gelblich beiges Pulver. Dieses wird anschließend sublimiert. Bei etwa 60 °C scheiden sich am Kühlfinger gelbe Tropfen ab, die jeweils abgewischt werden. Sind nach etwa 15 Tropfen keine flüssigen Anteile mehr zu erkennen wird bei etwa 110 °C das $\text{B}(\text{C}_6\text{F}_5)_3$ als weißes Pulver abgeschieden. Das LiCl bleibt als beiger Feststoff zurück.

Es kann hier als Lösungsmittel nicht wie bei anderen Metallierungen (z.B. Grignard-Reaktion) Ether oder THF verwendet werden, da mit einer starken Lewis-Säure gearbeitet wird, dem BCl_3 . Dieses würde den Ether spalten und er könnte nicht mehr als Lösungsmittel zur Verfügung stehen.

Ausbeute:

Erhaltenes Produkt: 3,33 g

$M(\text{B}(\text{C}_6\text{F}_5)_3) = 512 \text{ g/mol}$; $n = m/M = 3,33 \text{ g} / 512 \text{ g/mol} = 6,5 \text{ mmol}$

$6,5 \text{ mmol} / 10,0 \text{ mmol} = 0,65$

Die Ausbeute liegt bei 65 %.

Charakterisierung des Produkts:

^{11}B NMR: δ (C_6D_6) 58,24 (Produkt); 39,73 (Hydrolyseprodukt); ca. -5 bis -30 Glasberg

^{19}F NMR: δ (C_6D_6) -129,64 (s, o-F Produkt); -133,62 (s, o-F Hydrolyseprodukt); -142,63 (s, p-F Produkt); -148,59 (s, p-F Hydrolyseprodukt); -160,78 (s, m-F Produkt); -161,76 (s, m-F Hydrolyseprodukt). Die Intensitäten verhalten sich wie 2:1:2 (o:p:m). Die Intensitäten der Hydrolyseprodukte sind sehr klein.

^1H NMR: δ (C_6D_6) 7,14 (s, Benzol); 4,58 (s, OH Hydrolyseprodukt). Die Intensität des Hydrolyseprodukts ist sehr gering.

IR: ν (cm^{-1})	3686 (w.)	}	O-H Valenzschwingung Hydrolyseprodukt
	3671 (w.)		
	3608 (s.w.)		
	3590 (s.w.)		
	1465 (s.st.)		arom. C=C Valenzschwingung
	1520 (st.)		arom. C=C Valenzschwingung
	1649 (m.)		B-C Valenzschwingung
	1103 (m.)	}	C-F
	1091 (m.)		

Raman: ν (cm^{-1})	1649 (10)	arom. C=C Valenzschwingung
	1385 (7)	C-F